<u>Activité expérimentale</u> : *Dosage par titrage avec suivi pH-métrique*

Le vinaigre est une solution aqueuse contenant de l'acide éthanoïque (CH_3COOH). Le degré d'acidité du vinaigre, indiqué sur les bouteilles, correspond à la masse d'acide éthanoïque, exprimée en gramme, contenue dans 100 g de vinaigre. Par exemple, le vinaigre utilisé en cuisine, a un degré d'acidité compris entre 6 et 8 %, soit 6 à 8 g de d'acide éthanoïque pour 100 g de vinaigre.

Comment vérifier le degré d'acidité d'un vinaigre à l'aide d'un titrage pH-métrique ?

Objectifs :

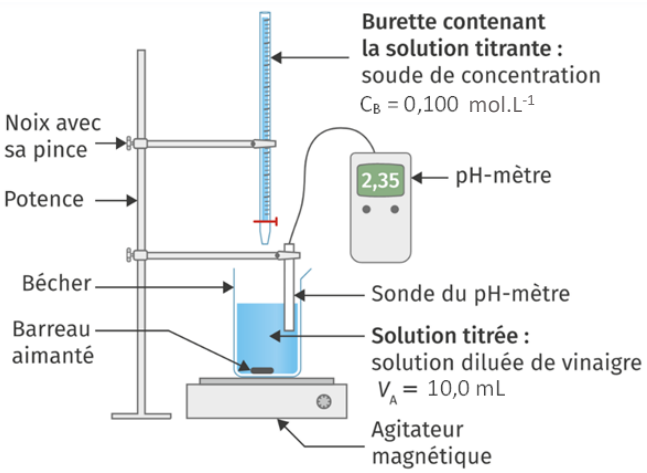
- Mettre en œuvre et exploiter le suivi pH-métrique d'un titrage ayant pour support une réaction acide-base afin de déterminer une quantité de matière, une concentration ou une masse

document 1 : Principe du titrage pH-métrique

Un titrage est une technique qui permet de déterminer la concentration d'une espèce chimique en solution reposant sur une réaction chimique, totale et rapide, entre l'espèce à titrer et l'espèce titrante.

Le titrage pH-métrique est une méthode qui consiste à suivre l'évolution du pH d'une solution lorsqu'on y ajoute, petit à petit, une solution titrante. Il se produit une réaction entre un acide et une base, ce qui modifie le pH. Lorsque les réactifs ont été introduits dans les proportions stœchiométriques, l'équivalence est atteinte. À ce moment-là, le pH varie brusquement. La mesure du pH permet alors de déterminer le volume à l'équivalence V_E et d'en déduire la concentration de l'espèce titrée dans la solution.

document 2 : Schéma du montage



<u>Données</u> :

- **Couples acide-base** : $CH_3COOH_{(aq)}/CH_3COO^-_{(aq)}$; $H_3O^+_{(aq)}/H_2O_{(l)}$; $H_2O_{(l)}/HO^-_{(aq)}$
- **Estimation du volume équivalent** : 9,0 mL < V_E < 13,0 mL
- **Masse molaire de l'acide éthanoïque** : M = 60,1 g.mol^{-1}
- **Masse volumique du vinaigre** : ρ = 1 000 g.L^{-1}

A. <u>Mise en œuvre du titrage</u>

Pour réaliser le titrage, on dispose d'une **solution de vinaigre commercial S**. Cette solution S étant trop concentrée, on la dilue 10 fois afin d'obtenir la **solution diluée S'**.

1. Rédiger un protocole permettant de préparer un volume **$V_{S'}$ = 100 mL** de solution S'. On notera **V_S** le **volume** de **solution S à prélever**. (ANA)
   <u>Remarque</u> : La solution S' a été préparée en amont.

2. **Mettre en place** le **montage** : (REA)

- Préparation de la burette

> Rincer la burette avec la solution titrante puis la remplir avec cette même solution jusqu'au-dessus de la graduation zéro.

> Faire couler la solution titrante dans un bécher poubelle pour amener le ménisque à la graduation zéro.

- Préparation de la solution titrée

> Prélever un volume V_A = 10,0mL de solution S' à l'aide d'une pipette jaugée de 10,0mL puis le verser dans un bécher.

> Ajouter un barreau aimanté et placer le tout sur l'agitateur magnétique.

3. **Réaliser** le **titrage** et **tracer** la **courbe pH = f(V_B)** : (REA)

→ Brancher la sonde pH-métrique sur la plateforme d'acquisition Sysam Campus et relier cette dernière à l'ordinateur.

→ Ouvrir le logiciel *LatisPro* et sélectionner le fonctionnement en mode *« pH »*.

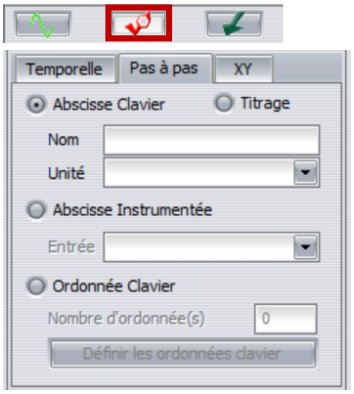
→ Suivre la procédure qui s'affiche pour l'étalonnage à l'aide des solutions tampon pH = 7 et pH = 4.

→ Fixer la sonde sur la potence et l'introduire dans le bécher. Ajouter de l'eau distillée jusqu'à ce qu'elle soit correctement immergée.

→ Allumer l'agitateur.

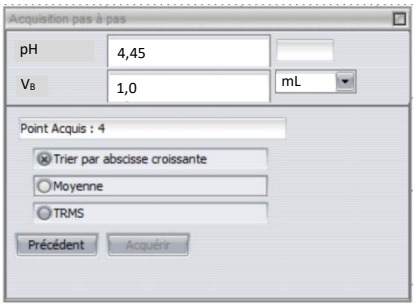
⚠ Le barreau aimanté ne doit pas toucher la sonde pH-métrique qui est fragile.

→ Dans l'onglet acquisition, choisir l'acquisition *« Pas à pas / Abscisse Clavier »*.
Rentrer les caractéristiques de l'abscisse (Nom : volume versé V_B / Unité : L).



→ Lancer l'acquisition des mesures.

→ Verser la solution titrante de 0,5 mL en 0,5 mL et resserrer les points dans la zone de l'équivalence. A chaque ajout, le logiciel mesure le pH. Penser, pour chaque mesure, à rentrer le volume de soude versé V_B avant de cliquer sur acquérir.



→ Les mesures effectuées sont disponibles dans la liste des courbes. Visualiser la courbe pH = f(V_B) avec le style « traits avec croix » et l'imprimer.

4. **Déterminer** le **volume équivalent** : (REA)

- *Méthode des tangentes* :

> Faire un clic droit sur le graphique et sélectionner « Méthode des tangentes ».

> Se positionner à proximité de la courbe pour visualiser les tangentes qui se placent automatiquement.

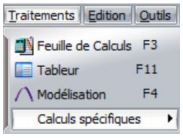
> Faire un clic gauche, une fenêtre indiquant le pH équivalent et le volume équivalent s'ouvre. Ajouter ces valeurs à la liste des constantes pour qu'elles soient stockées en bas à gauche de l'écran.

> Faire un clic droit sur le graphique et sélectionner « Terminer ».

V_E = _____

Remarque : Appliquer également la méthode des tangentes ***à la main*** sur le graphique imprimé.

- *Méthode de la dérivée* :



> Cliquer sur « Traitements », puis « Calculs spécifiques » et « Dérivée ».

> Cliquer - glisser la courbe pH = fct(Vb) que l'on veut dériver et lancer le calcul. La courbe *Dérivée de pH* apparait.

> Lire l'abscisse du maximum à l'aide du réticule (Clic droit puis « Réticule »).

V_E = _____

5. Pourquoi faut-il **resserrer** la **prise de mesures** au niveau de l'**équivalence** ? (ANA)

B. Exploitation des résultats

6. Identifier le **réactif titrant** et le **réactif titré**. Ecrire pour chacun le **couple acide-base** auquel il appartient ainsi que la **demi-équation** associée. En déduire l'équation de la **réaction de support du titrage**. (ANA)

7. Donner la **relation** entre la quantité de matière n_A d'acide éthanoïque initialement présent et la quantité de matière n_{B-E} d'ions hydroxyde versés à l'équivalence. (ANA)

8. En déduire une **expression** de la concentration en quantité de matière en acide éthanoïque $\mathbf{C_A}$ de S' en fonction de V_A, C_B et V_E. (ANA)

9. **Calculer** la **concentration** $\mathbf{C_A}$ de S' et en **déduire** la concentration en quantité de matière en acide éthanoïque **C** de S. (ANA)

10. Déterminer le **degré d'acidité d°** du vinaigre dosé. (ANA)

11. En utilisant les valeurs de tolérance portées sur la verrerie, **calculer** l'**incertitude** sur le **degré d'acidité** comme suit, en considérant $u(C_B)/C_B = 5\%$ et $u(V_E) = 0{,}5$ mL dans le cas d'une détermination du volume équivalent par la méthode des tangentes.

$$\frac{u(d°)}{d°} = \sqrt{\left(\frac{u(V_S)}{V_S}\right)^2 + \left(\frac{u(C_B)}{C_B}\right)^2 + \left(\frac{u(V_E)}{V_E}\right)^2 + \left(\frac{u(V_A)}{V_A}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{S'})}{V_{S'}}\right)^2}$$

Remarque : L'incertitude liée à la tolérance t d'un dispositif est égale à $t/\sqrt{3}$. (VAL)

12. En déduire une **valeur encadrée** du **degré d'acidité** du vinaigre. (VAL)

13. La **valeur** indiquée par le **fabricant** est-elle dans l'**intervalle d'incertitude** de la valeur trouvée expérimentalement ? (VAL)